

24 APR 2005

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
30. Oktober 2003 (30.10.2003)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 03/089912 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: G01N 21/85
 (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP03/04148
 (22) Internationales Anmeldedatum: 22. April 2003 (22.04.2003)
 (25) Einreichungssprache: Deutsch
 (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
 (30) Angaben zur Priorität:
 102 17 838.0 22. April 2002 (22.04.2002) DE
 102 18 485.2 25. April 2002 (25.04.2002) DE
 (71) Anmelder und
 (72) Erfinder: BRUINS, Hans, Joachim [DE/DE]; Heerstrasse 7A, 81247 München (DE).
 (74) Anwalt: HERTZ, Oliver; Von Bezold & Sozien, Akademiestrasse 7, 80799 München (DE).

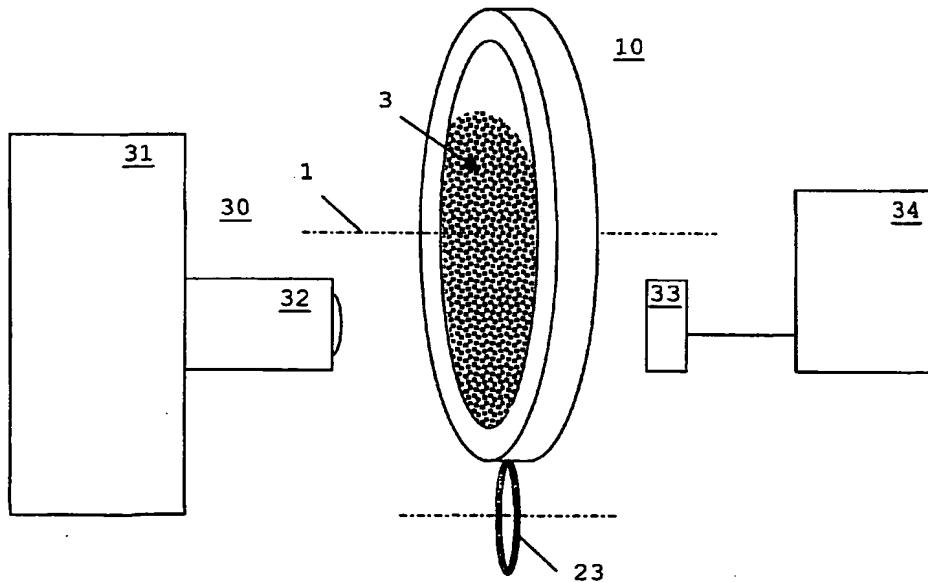
(81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
 (84) Bestimmungsstaaten (regional): ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:
— mit internationalem Recherchenbericht

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: MEASURING DEVICE, PARTICULARLY FOR CONDUCTING SPECTROSCOPIC MEASUREMENTS

(54) Bezeichnung: MESSANORDNUNG, INSbesondere FÜR SPEKTROSKOPISCHE MESSUNGEN



WO 03/089912 A1

(57) Abstract: The invention relates to a measuring device, particularly for conducting spectroscopic measurements on particulate samples, comprising a measuring cell (10), which serves to accommodate samples while having at least one window (11) through which the sample (3) can be irradiated. The measuring device also comprises a rotating holding device (20), with which the measuring cell (10) can be rotated about a predetermined rotation axis (1), whereby the orientation of the rotation axis (1) differs from a vertical reference direction.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]



- vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(57) Zusammenfassung: Es wird eine Messanordnung, insbesondere für spektroskopische Messungen an partikelförmigen Proben beschrieben, die eine Messküvette (10) zur Probenaufnahme, die mindestens ein Fenster (11) aufweist, durch das die Probe (3) bestrahlbar ist, und eine Drehhalterung (20) umfasst, mit der die Messküvette (10) um eine vorbestimmte Drehachse (1) drehbar ist, wobei die Ausrichtung der Drehachse (1) von einer vertikalen Bezugsrichtung abweicht.

Messanordnung, insbesondere für spektroskopische Messungen

Die Erfindung betrifft eine Messanordnung, insbesondere für optisch-spektroskopische Messungen an partikelförmigen oder flüssigen Proben, mit den Merkmalen gemäß dem Oberbegriff von Anspruch 1. Die Erfindung betrifft ferner ein Messverfahren zur optischen Spektroskopie an partikelförmigen oder flüssigen Proben.

Aus der Lebensmitteltechnik ist bekannt, partikelförmige Proben (z. B. Getreide, Samen oder dgl.) optisch-spektroskopischen Messungen zu unterziehen, um Aussagen über bestimmte Probeneigenschaften, wie z. B. die chemische Zusammensetzung, den Wassergehalt, die Oberflächenhärte oder dgl. zu ermitteln.

Es erfolgen bspw. Reflektions- oder Transmissionsmessungen mit Wellenlängen im sichtbaren oder infraroten Spektralbereich. Herkömmliche Messanordnungen zur Spektroskopie an Getreide umfassen eine Messküvette zur Aufnahme von Getreidekörnern und ein Spektrometer, das bspw. für hochempfindliche Transmissionsmessungen eingerichtet ist. Die Küvette wird von einer Seite bestrahlt. Auf der entgegengesetzten Seite wird das durchdringende Licht, das durch Oberflächenreflektionen die Küvette passieren kann, detektiert. Im Unterschied zur klassischen Spektroskopie an Flüssigkeiten sind die Messergebnisse bei der Spektroskopie an partikelförmigen Proben empfindlich von der Anordnung der Partikel in der Küvette abhängig. Je nach den Partikeleigenschaften, wie z. B. Volumen, Oberflächenstrukturen und dgl. können in der Küvette verschiedene Packungsdichten auftreten. Damit wird die Genauigkeit und Reproduzierbarkeit der Messergebnisse eingeschränkt.

Zur Überwindung des genannten Problems wurde in der Vergangenheit vorgeschlagen, an einer Messküvette mehrere Messungen

durchzuführen und die Messergebnisse einer statistischen Auswertung zu unterziehen. Aus der Praxis ist bspw. bekannt, die Messküvetten auf Drehtellern anzuordnen, die an sich als Probenhalterungen für Messungen an Fleisch, Joghurt oder dgl. entwickelt wurden. Ein Drehteller umfasst eine flache Schale, in die eine Getreideprobe geschüttet wird. Zur spektroskopischen Messung werden verschiedene Teilbereiche der horizontal ausgerichteten Schale in den Strahlengang des Spektrometers bewegt. Dies erfolgt durch eine Drehung der Schale um eine vertikal ausgerichtete Drehachse. Durch die Mehrfachmessung an verschiedenen Orten einer Partikelschicht konnte die Reproduzierbarkeit der Messergebnisse zwar verbessert werden. Dennoch ist mit dem horizontal verstellbaren Drehteller aus den folgenden Gründen eine Verfälschung der Messergebnisse gefunden worden.

Erstens besitzt die Schicht in der Schale keine gleichförmige Dicke und Dichte. Es kommt zur Häufchenbildung, durch die einerseits der Abstand zur Beleuchtungsoptik oder zum Detektor und andererseits die Schichtdicke von Position zu Position variiert. Des Weiteren kommt es beim Einfüllen von Partikeln zu bestimmten Schüttprofilen. Je nach den Partikeleigenschaften liegen die kleineren oder die größeren Partikel in der Schale oben. Dies führt zu einer Entmischung und damit zu einer Selektion der zur Messung beitragenden Partikel. Schließlich ist die verfügbare Probenmenge häufig zu klein, um eine schalenförmige Küvette mit einer ausreichenden Schichtdicke zu füllen. Eine Verkleinerung der Küvette ist jedoch wegen der Dimensionen des optischen Messstrahls und der einzelnen Partikel begrenzt.

Wegen der geringen Genauigkeit und Reproduzierbarkeit der Messergebnisse besitzen spektroskopische Messungen an Getreide bisher einen geringen Wert. Sie sind bspw. für eine grobe Klassifizierung einer Getreidequalität geeignet, nicht jedoch

für eine differenzierte Bewertung bspw. von Sorten oder eine Detektion von Verunreinigungen oder Fusarien. Es besteht ein besonderes Interesse, selbst kleinste Verunreinigungen oder Pilze mit hoher Zuverlässigkeit festzustellen. So ist bei einem Fusarienbefall schon ein Anteil von einem Korn, das auf seiner Oberfläche Mikrotoxine trägt, unter 200 Körnern ein Befund, der eine Verwendung des Getreides in der Brauerei ausschließt. Unter einer Vielzahl von Körnern muss das ggf. befallene Korn gefunden werden. Dies setzt insbesondere eine Positionierung des Korns in der optischen Messstrecke derart voraus, dass Mikrotoxine spektroskopisch erfasst werden können.

Die genannten Probleme treten nicht nur bei der Untersuchung von Getreide oder anderen landwirtschaftlichen Produkten, sondern auch allgemein bei der Charakterisierung partikelförmiger, frei rieselfähiger, in einem flüssigen Medium suspendierter oder flüssigen Proben, insbesondere von Werkstoffen, wie z. B. Kunststoffgranulat, Baustoffen oder dgl. auf.

Die Aufgabe der Erfindung ist es, eine verbesserte Messanordnung, insbesondere zur spektroskopischen Messung an partikelförmigen oder flüssigen Proben, bereitzustellen, mit der die Nachteile herkömmlicher Messanordnungen überwunden werden und die sich insbesondere durch eine erhöhte Sensitivität, Genauigkeit und Reproduzierbarkeit auszeichnet. Die erfindungsgemäßige Messanordnung soll ferner einen erweiterten Anwendungsbereich besitzen und für die Messung an verschiedenartigen partikelförmigen oder flüssigen Proben geeignet sein. Die Aufgabe der Erfindung ist es auch, ein Verfahren zur spektroskopischen Messung an partikelförmigen Proben oder flüssigen bereitzustellen, mit dem die Nachteile der herkömmlichen Verfahren überwunden werden. Das verbesserte Verfahren soll insbesondere eine erhöhte Sensitivität, Genauigkeit und Reproduzierbarkeit

der Messwerterfassung ermöglichen und mit den an sich bekannten spektroskopischen Messprinzipien kompatibel sein.

Diese Aufgaben werden durch eine Messanordnung, ein Messgerät und ein Verfahren mit den Merkmalen gemäß den Patentansprüchen 1, 9 oder 11 gelöst. Vorteilhafte Ausführungsformen und Anwendungen der Erfindung ergeben sich aus den abhängigen Ansprüchen.

Die Grundidee der Erfindung ist es, eine Messanordnung mit einer Messküvette zur Aufnahme einer partikelförmigen oder flüssigen Probe und einer Drehhalterung bereitzustellen, mit der die Messküvette um eine vorbestimmte Drehachse drehbar ist, wobei die Ausrichtung der Drehachse von der Vertikalrichtung (Richtung der Gravitation) abweicht. Im Gegensatz zur herkömmlichen Technik mit horizontalen Drehtellern, bei der alle Pro-benteile im gegenseitigen Kräftegleichgewicht und daher relativ zueinander unbeweglich sind, wird durch die erfindungs-gemäße Verkippung der Drehachse aus der Vertikalrichtung mit je-der Verdrehung der Messküvette das Kräftegleichgewicht ge-stört. Durch jede Verdrehung der Messküvette wird das Gleich-gewicht zwischen den Normalkräften gegenüber den umliegenden Partikeln (oder einer umgebenden Flüssigkeit) und der Gravita-tion für jede Teilprobe geändert. Durch die Drehung der Messküvette in verschiedene Messpositionen kommt es laufend zur Vermischung der Probe. Vorteilhafterweise werden damit in-homogene Schüttprofile, selektive Partikelbestrahlungen, vari-ierende Schüttdichten und dgl. vermieden oder zuverlässig durch statistische Nachbearbeitung kompensiert. Bei flüssigen Proben kommt es ebenfalls zur Vermischung, Probenhomogenisie-rung und/oder Vergrößerung der effektiven Messfläche.

Vorteilhafterweise ist die Messanordnung für verschiedene, an sich bekannte spektroskopische Messverfahren, insbesondere für Transmissions- oder Reflektionsmessungen geeignet.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist die Drehachse der Messküvette horizontal, das heißt senkrecht zur Vertikalen ausgerichtet. Bei horizontaler Ausrichtung ist die Durchmischung der Probe bei Verstellung der Messküvette besonders stark. Des Weiteren ergeben sich Vorteile im Bezug auf die Justierung eines zugehörigen Spektrometers.

Die Messküvette ist vorzugsweise mit einer Kopplungseinrichtung ausgestattet, die mit einer Antriebseinrichtung der Drehhalterung zusammenwirkt. Damit wird bei Bereitstellung einer elektrischen Antriebs der Messküvette der Aufbau der Messanordnung und insbesondere das Einsetzen der Messküvette in die Drehhalterung vereinfacht. Die Kopplungseinrichtung umfasst bspw. eine sich zumindest teilweise über einen Küvettenrand erstreckende Kopplungsfläche und/oder eine Nut für einen Reibantrieb. Besondere Vorteile bei der Handhabung der Messanordnung ergeben sich, wenn die Kopplungsfläche eine Reibfläche ist und die Drehhalterung als Antriebseinrichtung ein Reibaufweist.

Gemäß einer weiteren vorteilhaften Ausführungsform der Erfindung wird die Messküvette durch einen Aufbau aus zwei Schalen gebildet, die durch einen Ringrahmen zusammengehalten werden. Jeweils eine der Schalen kann, wie es von herkömmlichen Maßnahmeverordnungen bekannt ist, mit einer Probe beschickt und mit jeweils zweiten Schale verschlossen werden. Mit dem Ringrahmen, der vorzugsweise auf seiner Außenseite die Kopplungsfläche oder Nut trägt, wird der Verbund dicht verschlossen. Vorteilhaft ist es, wenn die beiden Schalen verschiedene Volumen besitzen. Durch vollständige Befüllung der größeren Schale kann sichergestellt werden, dass auch im verkippten Zustand mehr als die Hälfte des Küvettenvolumens gefüllt ist. Gemäß einer abgewandelten Gestaltung kann die Messküvette eine s

liche Öffnung aufweisen, wodurch vorteilhafterweise die Probenbeschickung und -entnahme erleichtert wird.

Die Mischwirkung der verkippt drehbar gehaltenen Messküvette wird vorteilhafterweise erhöht, falls im Inneren der Messküvette mechanische Mischelemente angebracht sind, die für eine zusätzliche Umverteilung der Probe bei Verdrehung der Messküvette sorgen.

Ein unabhängiger Gegenstand der Erfindung ist ferner eine Drehhalterung für eine Messküvette. Die Drehhalterung bildet einen Träger, mit dem eine Messküvette um eine Drehachse drehbar gelagert ist, die von der Vertikalrichtung abweicht.

Ein weiteren Gegenstand der Erfindung ist ein Messgerät, das mit der erfindungsgemäßen Messanordnung und einem Spektrometer ausgestattet ist. Von besonderem Vorteil ist es, dass die Messküvette ohne besondere bauliche Maßnahmen mit der Drehhalterung in an sich bekannten Spektrometeranordnungen positioniert werden kann. Hierzu ist ggf. eine Stelleinheit vorgesehen, mit der die Messküvette von einer Ladeposition, in der die Messküvette in die Drehhalterung einsetzbar ist, in eine Kalibrierposition und in eine Messposition verfahrbar ist, in denen eine Kalibrierung und die eigentliche spektroskopische Messung erfolgen.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur spektroskopischen Messung an partikelförmigen oder flüssigen Proben, bei dem eine Probe in einer Messküvette angeordnet und wiederholt eine Vielzahl spektroskopischer Messungen durchgeführt werden, wobei zwischen jeweils zwei Messungen die Messküvette um eine Drehachse gedreht wird, die von der Vertikalrichtung abweicht. Bei jeder Verdrehung der Küvette wird die Probe umgerührt oder vermischt, so dass jede Messung an einem anderen Probengemenge erfolgt. Nach jeder Verdrehung der

Messküvette besitzen die Teile der Probe im Strahlengang der Anordnung zur spektroskopischen Messung eine veränderte geometrische Verteilung. Die relativen Positionen der Partikel oder der Teile einer flüssigen Probe werden durch jede Verdrehung verändert. Dies ermöglicht vorteilhafterweise eine Verbesserung der statistischen Auswertung der Messergebnisse.

Die Erfindung besitzt die folgenden weiteren Vorteile. Erstens besitzt die Probe in der Messküvette eine definierte Schichtdicke. In allen Messpositionen ist die Geometrie der Messküvette relativ zum Spektrometer konstant, so dass die Reproduzierbarkeit weiter verbessert wird. Die Schichtdicke ist, insbesondere beim unten beschriebenen Schalenaufbau der Messküvette, je nach den Probeneigenschaften und Messanforderungen, einstellbar. Die Erfindung ermöglicht eine statistische Auswertung von Messergebnissen auch bei kleinen Probenmengen. Durch wiederholtes Drehen der Messküvette mit partikelförmigen Proben können selbst bei geringen Partikelzahlen die verschiedensten Schüttungen eingestellt werden, die statistisch unabhängige Messergebnisse liefern.

Ein weiterer, unerwarteter Vorteil ergibt sich bei partikelförmigen Proben aus der Probenschüttung in der Küvette. Es wurde festgestellt, dass in der geneigt eingestellten Küvette durch die Drehung eine engere Schüttung ermöglicht wird, als dies bei herkömmlich gefüllten, horizontalen Schalen der Fall ist. Es werden weniger Hohlräume gebildet. Die Wahrscheinlichkeit eines direkten Lichtdurchfalls durch die Messküvette sinkt. Dies ermöglicht die Einstellung geringerer Schichtdicken.

Die Erfindung besitzt einen weiten Anwendungsbereich bei verschiedenen Probenarten, wie z. B. landwirtschaftlichen Produkten (Getreide, Getreideprodukte, Gemüse, Erbsen, Soja, Kaffeebohnen, Samen, Gewürze, Raps und dgl.), Partikelmaterialien

mit technischen Anwendungen (z. B. Kunststoffgranulat, Baumaterial, Pigmente) und dgl. und bei verschiedenen Messaufgaben, wie z. B. bei der Detektion von chemischen oder physikalischen Parametern der Partikel im freien geschütteten Zustand oder suspendiert in einem flüssigen Medium oder - bei landwirtschaftlichen Produkten - beim Nachweis von Sorten, Qualitätsparametern, Verunreinigungen, Pilzbefall, Genmanipulationen oder dgl..

Weitere Einzelheiten und Vorteile der Erfindung werden aus der folgenden Beschreibung der beigefügten Zeichnungen ersichtlich. Es zeigen:

Fig. 1: eine schematische Illustration einer ersten Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Messanordnung,

Fig. 2: eine schematische Illustration einer weiteren Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Messanordnung,

Fig. 3: Illustrationen der Funktion einer Stelleinheit zur Handhabung einer erfindungsgemäßen Messküvette,

Fig. 4: eine schematische Schnittansicht einer bevorzugten Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Messküvette, und

Fig. 5: eine Seitenansicht einer weiteren Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Messküvette.

Die Erfindung wird im Folgenden beispielhaft unter Bezug auf eine Messanordnung zur spektroskopischen Analyse an Getreideproben beschrieben. Die Umsetzung der Erfindung ist jedoch nicht auf die illustrierte, an die Getreideanalyse angepasste Geometrie der Messküvette, Gestaltung der Drehhalterung, Anordnung des Spektrometers oder dgl. beschränkt.

Fig. 1 zeigt als Teile einer erfindungsgemäßen Messanordnung eine Messküvette 10 und eine Drehhalterung 20. Die Messküvette 10, die in weiteren Einzelheiten unten beschrieben wird, bildet allgemein einen Behälter für die Probe (nicht dargestellt). Die Messküvette 10 besitzt mindestens ein Fenster 11, das bspw. durch eine transparente, ebene Seitenwand gebildet wird. Die Bereitstellung eines Fensters 11 ist für Reflektionsmessungen ausreichend. Für Transmissionsmessungen sind zwei Fenster vorgesehen, die vorzugsweise durch zwei transparente, parallele Seitenwände der Messküvette 10 gebildet werden.

Die Drehhalterung 20 umfasst allgemein einen oder mehrere Träger 21-23, mit denen die Messküvette 10 drehbar gehalten wird. Die Träger 21-23 sind so gebildet, dass die Drehbarkeit der Messküvette 10 (insbesondere des einen Behälters, der durch die Messküvette 10 gebildet wird) um eine fest im Raum ausgerichtete Drehachse 1 gegeben ist. Erfindungsgemäß ist die Drehachse 1 gegenüber einer Bezugslinie 2 um einen vorbestimmten Winkel verkippt, wobei die Bezugslinie 2 parallel zur Vertikalen oder zur Richtung der Gravitation (oder Fallbeschleunigung) verläuft. Die Drehachse 1 ist also so ausgerichtet, dass auf jeden Partikel in der Messküvette 10 in jeder Rotationsposition eine andere Gesamtkraft aus Auflage- und Gravitationskräften wirkt. Bei jeder Drehung der Küvette erfolgt eine Bewegung aller oder nahezu aller Teilchen.

Der Winkel zwischen der Drehachse 1 und der vertikalen Bezugslinie 2 ist je nach Anwendung wählbar. Bei einem leicht beweglichen oder rieselfähigen Partikelgemenge genügen geringe Verkippungen aus der Vertikalen von z. B. mindestens 5° , um die erfindungsgemäße Durchmischung der Probe in der Messküvette bei jeder Drehung zu bewirken. Bevorzugt werden jedoch größere Winkel von mindestens 30° und besonders bevorzugt der rechte Winkel (90°) eingestellt (siehe Fig. 2).

Die Gestaltung der Träger 21-23 wird je nach der Geometrie und der Art der Kraftübertragung gewählt. Allgemein können als Träger die in der Konstruktionstechnik verfügbaren mechanischen Bauteile zur drehbaren Lagerung und zum Rotationsantrieb eines Gegenstandes verwendet werden. Beispielhaft sind als Träger drei Haltescheiben oder -räder gezeigt, die in einem ortsfesten System geneigt gelagert sind und bspw. auf der äußeren Oberfläche der Messküvette 10 oder in einer in dieser gebildeten Nut laufen. Vorzugsweise ist mindestens einer der Träger als Antriebseinrichtung 23, z. B. als Reibrad oder Gummwalze ausgebildet (siehe Fig. 2). Die Haltescheiben oder -räder können durch Kugellagerungen oder Stiftlagerungen ersetzt sein.

Einer oder mehrere der Träger 21-23 sind mit einer Steuereinrichtung 24 verbunden, mit der der Betrieb der Drehhalterung 20 steuerbar ist. Es ist allerdings nicht zwingend erforderlich, dass die Drehhalterung 20 mit einer Antriebseinrichtung 23 ausgestattet ist. Es kann alternativ eine manuelle Drehung der Messküvette 10 vorgesehen sein.

Gemäß einer bevorzugten Ausführung der Erfindung bilden die Träger 21, 22 und die Antriebseinrichtung 23 einen selbstspannenden Antrieb. Das Reibrad 23 drückt bei Betrieb die Küvette gegen den in Drehrichtung benachbarten Träger. Hierzu ist einer der Träger 21, 22 relativ zum Reibrad 23 unter einem Winkel von z. B. 90° angeordnet.

Ein erfindungsgemäßes Messgerät enthält zusätzlich zu den gezeigten Komponenten 10 und 20 ein Spektrometer 30. Das Spektrometer 30 ist in Fig. 1 schematisch mit der Beleuchtungsoptik 32 und einem Detektor 33 zur Transmissionsmessung illustriert. Die Beleuchtung erfolgt mit monochromatischem oder polychromatischem (insbesondere weißem) Licht. Je nach der Art

der spektroskopischen Messung können alternativ andere Spektrometergeometrien vorgesehen sein. Das Spektrometer 30 kann beispielsweise eine integrierende Kugel (Ulbricht'sche Kugel) für Reflektionsmessungen umfassen. Des Weiteren kann ein Monochromator auf der Detektorseite der Probe vorgesehen sein. Das Messgerät ist mit einem (nicht dargestellten) Gehäuse ausgestattet, mit dem Umgebungslicht abgeschirmt wird.

Eine erfindungsgemäße Messküvette 10 ist vorteilhafterweise mit einer Kopplungseinrichtung ausgestattet, die mit der Antriebseinrichtung der Drehhalterung zusammenwirkt. Je nach dem Antriebsprinzip ist die Kopplungseinrichtung bspw. eine Kopplungsfläche, wie z. B. eine gezahnte Fläche oder eine Reibfläche, oder eine Nut zur Aufnahme eines Riementriebs. Des Weiteren können mechanische Komponenten, wie z. B. Hebel oder dgl. am Rand der Messküvette vorgesehen sein.

Eine abgewandelte Bauform eines erfindungsgemäßen Messgeräts ist ausschnittsweise in Fig. 2 illustriert. Bei dieser Ausführungsform ist die Messküvette 10 mit einer horizontalen Drehachse angeordnet. Von der Drehhalterung 20 ist lediglich die als Reibrad 23 gebildete Antriebseinrichtung illustriert. Das Spektrometer 30 umfasst eine Lichtquelle 31 (z. B. Weißlichtquelle mit Monochromator oder durchstimmbare Laser-Lichtquelle), eine Beleuchtungsoptik 32, einen Detektor 33 und eine Auswertungseinrichtung 34. Die Messstrecke von der Beleuchtungsoptik 32 zum Detektor 33 ist wie die Drehachse der Messküvette 10 horizontal ausgerichtet. Das Spektrometer 30 kann weitere optische Komponenten enthalten, die an sich von herkömmlichen Spektrometern bekannt sind, wie z. B. ein Filterrad oder Interferenzfilter. Die parallele Ausrichtung der optischen Messstrecke und der Drehachse ist kein zwingendes Merkmal der Erfindung, wird aber erfindungsgemäß für eine vereinfachte Justierung bevorzugt.

Ein erfindungsgemäßes Messverfahren zur spektroskopischen Analyse von Getreide besitzt z. B. den folgenden Ablauf. Zunächs wird die Probe 3 (bestehend aus einer Vielzahl von Partikeln, z. B. aus Getreidekörnern) in die Messküvette eingefüllt. Die erfolgt je nach Bauform durch eine hierzu vorgesehene Öffnung oder durch Zusammensetzung eines Schalenaufbaus (siehe Figure 4, 5). Die Probe 3 füllt vorzugsweise über 50% des Küvettenvolumens, nicht jedoch das Gesamtvolumen. Der Füllstand wird je nach Messgut gewählt und bspw. so eingestellt, dass in Messposition ungefähr 30 % des Fensters 11 freibleiben. Dadurch wird die Beweglichkeit der Probe in der Messküvette sichergestellt und eine Kalibrierungsmessung ermöglicht.

Nach der Befüllung wird die Messküvette 10 in die Drehhalterung eingesetzt. Je nach Messaufgabe erfolgt ggf. zuerst eine Kalibrierung. Hierzu wird die Messküvette 10 so in die optische Messstrecke gestellt, dass Messlicht durch die Messküvette ohne Wechselwirkung mit der Probe 3 zum Detektor 33 gelangt. Nach der Kalibrierung wird die Messküvette 10 in eine erste Messposition gestellt. In der Messposition befindet sich die Probe 3 in der optischen Messstrecke. Es erfolgt die spektroskopische Messung an der Probe 3. Die Umsetzung der Erfindung ist nicht auf bestimmte spektroskopische Messverfahren zur Erfassung der Wechselwirkung sichtbaren oder infraroten Lichtes mit der Probe beschränkt. Es können insbesondere Reflexions-, Transmissions- oder Fluoreszenzmessungen oder das von abgeleitete Messverfahren (z. B. zeitaufgelöste Verfahren nicht lineare Verfahren) vorgesehen sein.

Es erfolgt bspw. eine Transmissionsmessung. Zur quantitative Analyse von Getreide (sog. Chemometrie) erfolgt bspw. eine Probenbeleuchtung mit einer Wellenlänge im Bereich von 740 nm bis 1100 nm. Bei einer Probenschichtdicke in der Messküvette 10 ergibt sich eine optische Dichte von rd. 4. Die Transmissionsmessung umfasst ein an sich bekanntes Durchfahren des int

ressierenden Wellenlängenbereiches und eine Erfassung des jeweils von der Probe durchgelassenen Lichtes. Je nach Messaufgabe können andere Wellenlängenbereiche, insbesondere auch im sichtbaren Bereich, eingestellt werden. Entsprechendes gilt für Reflektionsmessungen, bei denen die Messwellenlänge oder der Wellenlängenbereich insbesondere in Abhängigkeit von der untersuchten Probe ausgewählt wird.

Nach einer ersten Messung in der ersten Messposition wird die Messküvette 10 gedreht. Die Drehung erfolgt um die Drehachse 1 um einen bestimmten Drehwinkel. Der Drehwinkel wird je nach Beweglichkeit der Probe und mechanischem Aufbau gewählt. Bei Getreide erfolgt bspw. eine Verdrehung um 30° . In der neuen Messposition erfolgt eine weitere Transmissionsmessung. Vorgezugsweise erfolgt die spektroskopische Messung allgemein an der ruhenden Messküvette 10. Es sind jedoch grundsätzlich auch Messaufgaben lösbar, bei denen die Messküvette 10 während der Messung laufend gedreht wird. Nach Aufnahme der Transmissionsspektren oder einzelner Transmissionswerte in den verschiedenen Messpositionen erfolgt eine statistische Auswertung nach an sich bekannten Verfahren.

Messungen an Getreide haben ergeben, dass Transmissionsmessungen an 16 Messpositionen, d. h. nach 16 Drehungen, hervorragende Ergebnisse liefert. Bei 50 Messungen ergibt sich eine Standardabweichung von weniger als 0.02, was um einen Faktor 4 besser als die Ergebnisse mit herkömmlichen Getreide-Analysatoren ist.

Alternativ kann die Probe 3 die Partikel in einem flüssigkeitssuspendierten Zustand oder eine Flüssigkeit (flüssige Lösung od. dgl.) umfassen. Bei jeder Drehung ergibt sich ein Umwälzen der Partikelanordnung (oder Flüssigkeit) und/oder eine Neuverteilung ggf. zwischenzeitlich sedimentierter Partikel. Suspensionsproben umfassen zum Beispiel suspendierte Pigment-

partikel, Emulsionen mit Partikelzusätzen (z. B. Milch, Öle mit Feststoffen u. dgl.). Die Viskosität und Schichtdicke sind je nach Messaufgabe wählbar, die Probe kann auch als gering bewegliche Suspension oder Paste vorliegen.

Zur Manipulation der Messküvette 10 wird vorzugsweise eine Stelleinheit 40 verwendet, die schematisch in Fig. 3 illustriert ist. Die Stelleinheit 40 umfasst einen beweglichen Halterahmen 41. Mit diesem ist die Messküvette 10 von einer Ladeposition (linker Teil von Fig. 3) in eine Mess- oder Kalibrierposition (rechter Teil von Fig. 3) verfahrbar. In der Ladeposition ist die Messküvette 10 von der Drehhalterung abgehoben. Die Messküvette 10 kann einfach manuell in den Halterahmen 41 eingesetzt oder aus diesem entnommen werden. Durch vertikales Absenken des Halterahmens 41 auf die Drehhalterung, von der lediglich ein Träger 21 und ein Reibrad 23 illustriert sind, wird die Messküvette 10 in den Betriebszustand versetzt. Der mechanische Antrieb (nicht dargestellt) mit dem der Halterahmen 41 betätigt wird, kann gleichzeitig auch zum Verfahren der Drehhalterung in vertikaler Richtung zum Wechsel zwischen Kalibrier- und Messpositionen verwendet werden.

Die Figuren 4 und 5 zeigen zwei Ausführungsformen von dosenförmigen Messküvetten 10, mit denen die Erfindung bevorzugt umgesetzt wird und die selbst einen unabhängigen Gegenstand der Erfindung darstellen. Gemäß Figur 4 umfasst eine Messküvette 10 eine untere und eine obere Schale 12, 13, die jeweils einen ebenen Boden (Bildung der Küvettenfenster) und einen umlaufenden Rand besitzen und mit den Rändern aneinanderliegend durch einen Ringrahmen 14 zusammengehalten werden. Die Ränder sind zur Messung an flüssigen Proben mit Dichtungen ausgestattet. Der Ringrahmen 14 besteht aus einem unteren und einem oberen Ring 15, 16. Die Ringe 15, 16 können durch Haltestifte 17 zueinander ausgerichtet und mit Permanentmagneten, die in die Ringe integriert sind, zusammengehalten werden. Das

Bezugszeichen 18 verweist auf eine Reibfläche, die umlaufend auf der Außenseite des unteren Ringes 15 angebracht ist.

Im Inneren der Schalen 12, 13 sind Mischelemente 19 vorgesehen. Die Mischelemente 19 umfassen bspw. Hebel, Haken, Treppen oder dgl.. Sie sind so angeordnet, dass sie in der Messposition den optischen Strahlengang nicht behindern. Die Mischelemente 19 besitzen besondere Vorteile bei der Vermischung von suspendierten Partikeln oder Lösungen.

Die Schalen 12, 13 bilden die Fenster der Messküvette 10. Allgemein sind die Fenster ebene, transparente Seitenwände. Sie bestehen bspw. aus Glas (z. B. aus BK270-Glas mit einer Dicke von 1 mm) oder einem Kunststoff mit geeigneten optischen Eigenschaften. Die Messküvette 10 wird auf der Drehhalterung 20 vorzugsweise so ausgerichtet, dass die Drehachse 1 (siehe Fig. 1) senkrecht auf der Ebene der Fenster (oder Schalenböden) steht.

Beim dargestellten Beispiel besitzt die Messküvette 10 bspw. einen Durchmesser von rd. 10 cm. Im Küvetteninnern wird eine Schichtdicke eingestellt, die insbesondere in Abhängigkeit vom Messobjekt gewählt wird. Sie beträgt bspw. rd. 5 mm für Messungen an Raps, rd. 8 mm bis 18 mm für Messungen an Getreide und rd. 30 mm für Messungen an Mais. Hierbei handelt es sich jedoch lediglich um Beispielangaben. Es sind auch geringere Schichtdicken, z. B. zur Messung an Gewürzen oder Suspensions, oder größere Schichtdicken möglich.

Der Aufbau der Messküvette aus Teilschalen besitzt den Vorteil einer schnellen Beschickung, einfachen Reinigung und eines flexiblen Anpassens der Messschichtdicke an die jeweilige Probe. Die beiden Schalen 12, 13 besitzen vorzugsweise verschiedene Volumen. Die Probe wird in die größere Schale eingefüllt. Der Füllstand in der verkippten Messküvette entspricht dann

dem Volumenverhältnis der beiden Schalen, das bspw. 1/3:2/3 beträgt.

Die Messküvette 10 kann alternativ gemäß Fig. 5 einseitig geöffnet sein. Bei diesem Aufbau erfolgt mit der Drehhalterung eine Schwenkbewegung mit gelegentlicher, z. B. abwechselnder Umkehr der Drehrichtung. Mit der Küvettenöffnung wird die Probenbeschickung vereinfacht.

Die in der vorstehenden Beschreibung, den Zeichnungen und den Ansprüchen offenbarten Merkmale der Erfindung können sowohl einzeln als auch in verschiedenen Kombinationen für die Verwirklichung der Erfindung in ihren Ausgestaltungen von Bedeutung sein.

PATENTANSPRÜCHE

1. Messanordnung, insbesondere für spektroskopische Messungen an partikelförmigen oder flüssigen Proben, die umfasst:
 - eine Messküvette (10) zur Probenaufnahme, die mindestens ein Fenster (11) aufweist, durch das die Probe (3) bestrahlbar ist, und
 - eine Drehhalterung (20), mit der die Messküvette (10) um eine vorbestimmte Drehachse (1) drehbar ist,
dadurch gekennzeichnet, dass
die Ausrichtung der Drehachse (1) von einer vertikalen Bezugsrichtung abweicht.
2. Messanordnung gemäß Anspruch 1, bei der die Drehachse (1) horizontal ausgerichtet ist.
3. Messanordnung gemäß Anspruch 1 oder 2, bei der die Messküvette (10) eine Kopplungseinrichtung aufweist, die mit einer Antriebseinrichtung der Drehhalterung (20) zusammenwirkt.
4. Messanordnung gemäß Anspruch 3, bei der die Kopplungseinrichtung eine Kopplungsfläche (18) oder eine Nut für einen Riemenantrieb umfasst.
5. Messanordnung gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, bei der die Messküvette (10) aus zwei Schalen (12, 13) zusammengesetzt ist, die durch einen Ringrahmen (14) zusammengehalten werden.
6. Messanordnung gemäß Anspruch 5, bei der die beiden Schalen (12, 13) verschiedene Volumen besitzen.
7. Messanordnung gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, bei der die Messküvette (10) mechanische Mischelemente (19) enthält.

8. Messanordnung gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, bei der die Messküvette (10) eine Öffnung zur Probenbeschickung und -entnahme aufweist.

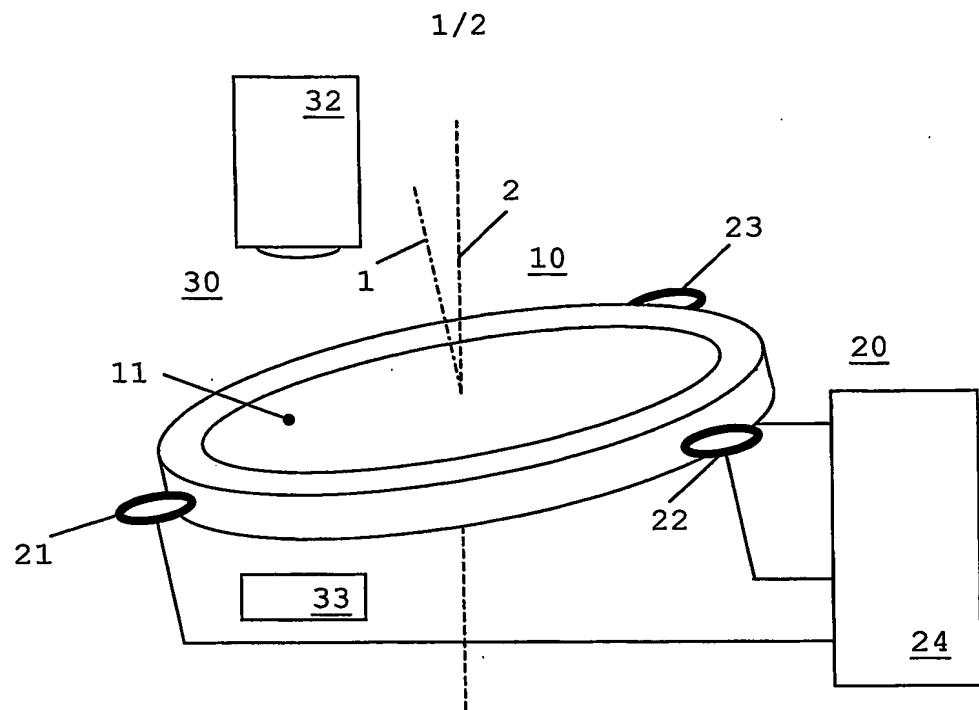
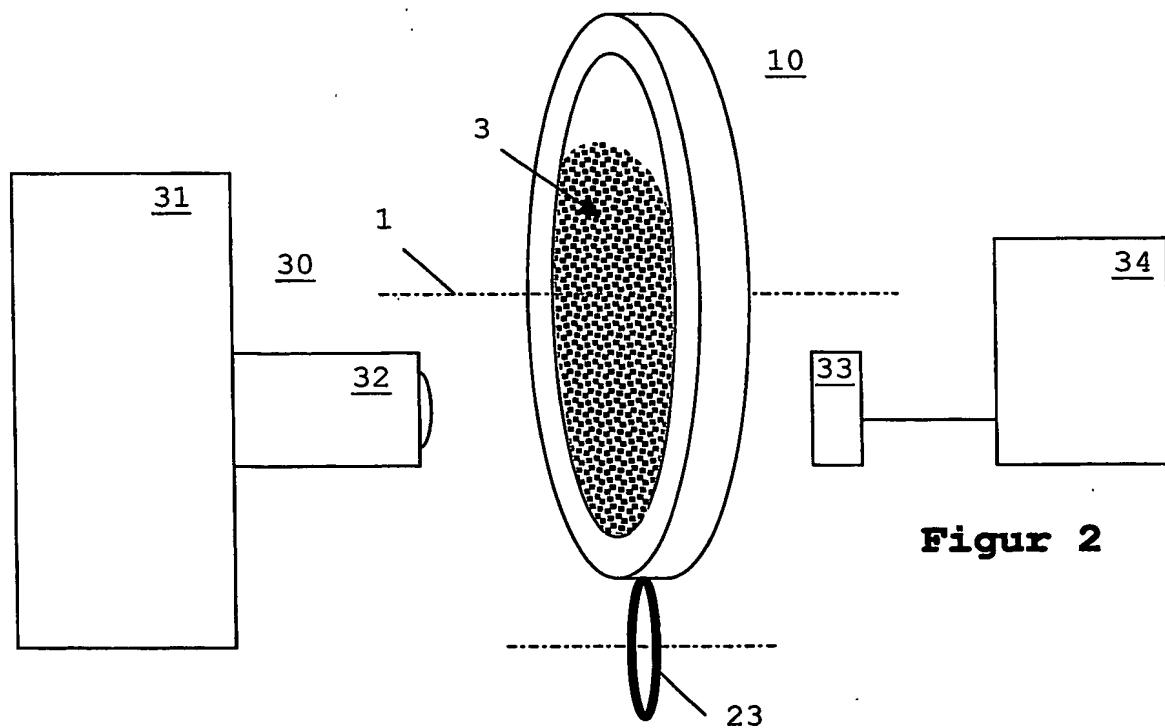
9. Messgerät, insbesondere für spektroskopische Messungen an partikelförmigen Proben, die eine Messanordnung gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche und ein Spektrometer (30) umfasst.

10. Messgerät gemäß Anspruch 9, das eine Stelleinheit (40) aufweist, mit der Messküvette (10) von einer Ladeposition in eine Kalibrier- oder Messposition verfahrbar ist.

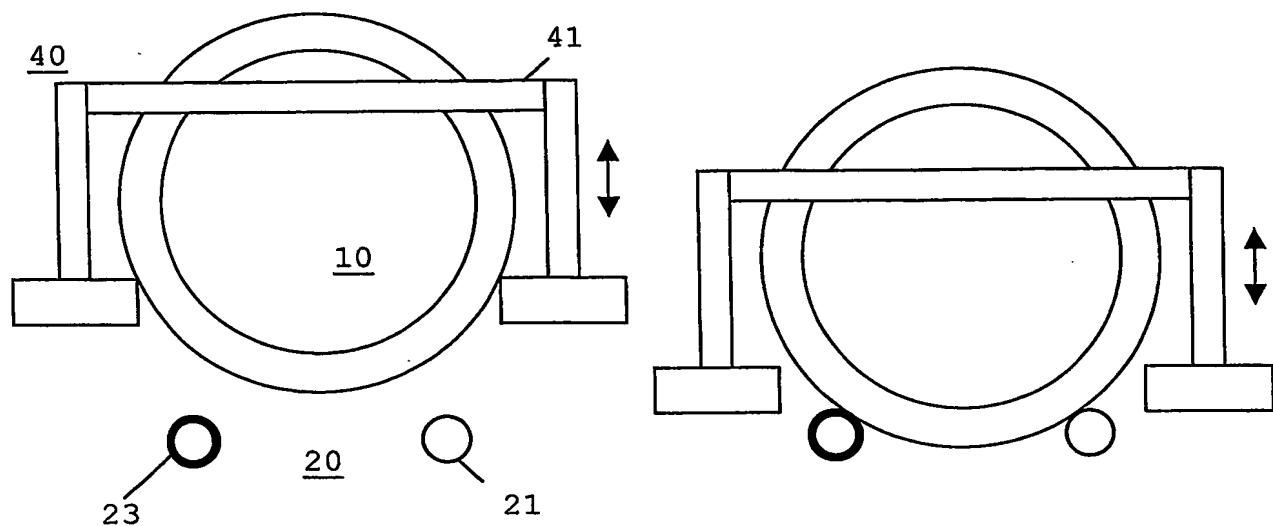
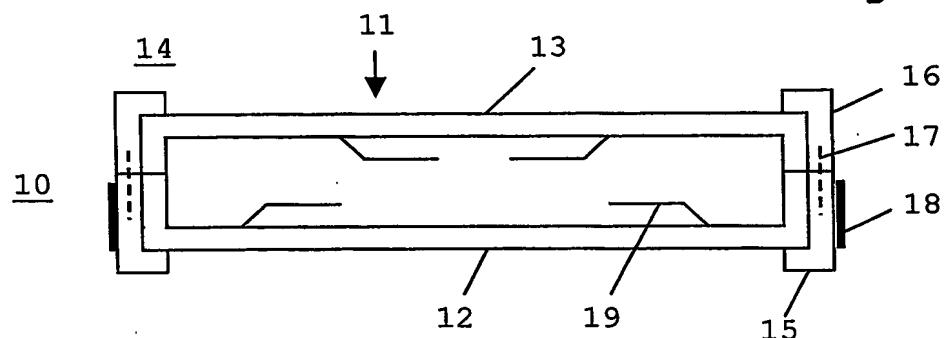
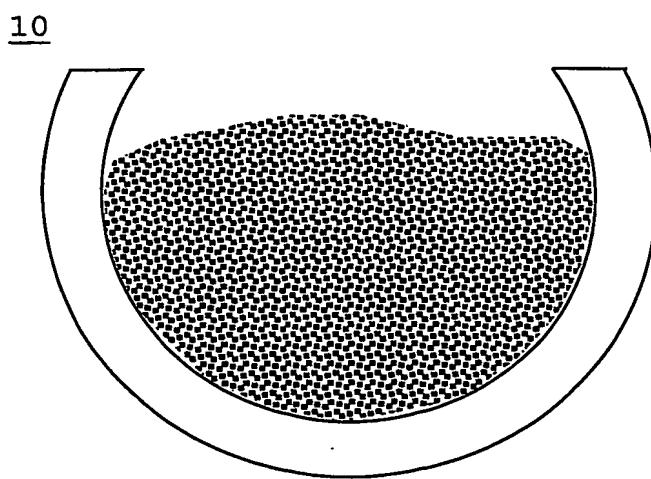
11. Verfahren zu spektroskopischen Messung an einer partikelförmigen oder flüssigen Probe, die in einer Messküvette (10) angeordnet ist, die mit einer Drehhalterung (20) drehbar ist, wobei mindestens zwei spektroskopische Messungen durchgeführt werden und zwischen den Messungen jeweils die Messküvette (10) um eine Drehachse (1) verdreht wird, die von einer vertikalen Bezugsrichtung abweicht.

12. Verfahren gemäß Anspruch 11, bei der die Messküvette (10) zwischen jeweils zwei Messungen um eine horizontale Drehachse (1) gedreht wird.

13. Verwendung einer Messanordnung, eines Messgeräts oder eines Verfahrens gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche zur spektroskopischen Analyse von partikelförmigen, frei geschütteten oder suspendierten oder von flüssigen Proben, insbesondere von landwirtschaftlichen Produkten, wie z. B. Getreide, oder Suspensionen.

**Figur 1****Figur 2**

2/2

**Figur 3****Figur 4****Figur 5**

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP 03/04148

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 G01N21/85

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 G01N

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

WPI Data, PAJ, EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 00 25110 A (PIONEER HI BRED INT) 4 May 2000 (2000-05-04) page 1, line 8 - line 11 page 4, line 26 -page 5, line 4 page 5, line 16 -page 7, line 2 claims 1,11; figures ----	1,8,9,13
Y	US 5 694 221 A (KNAPP JULIUS Z) 2 December 1997 (1997-12-02) column 9, line 34 - line 52 figure 4 ----	1,8,9,13
A	US 6 281 501 B1 (WRENN STUART W ET AL) 28 August 2001 (2001-08-28) column 2, line 39 -column 3, line 16 figures 1,2 ----	1,9,13

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the International filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the International filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the International filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

& document member of the same patent family

Date of the actual completion of the International search

10 September 2003

Date of mailing of the International search report

17/09/2003

Name and mailing address of the ISA
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Krametz, E

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP 03/04148

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 4 692 620 A (ROSENTHAL ROBERT D) 8 September 1987 (1987-09-08) column 3, line 16 – line 43 column 4, line 38 – line 57 figure 1 -----	1, 9, 13

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No
PCT/EP 03/04148

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
WO 0025110	A 04-05-2000	AU WO	1227400 A 0025110 A1	15-05-2000 04-05-2000
US 5694221	A 02-12-1997	WO	9746872 A1	11-12-1997
US 6281501	B1 28-08-2001	US	2001000910 A1	10-05-2001
US 4692620	A 08-09-1987	NONE		

INTERNATIONALES RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP 03/04148

A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 GO1N21/85

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 7 GO1N

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

WPI Data, PAJ, EPO-Internal

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Beir. Anspruch Nr.
Y	WO 00 25110 A (PIONEER HI BRED INT) 4. Mai 2000 (2000-05-04) Seite 1, Zeile 8 - Zeile 11 Seite 4, Zeile 26 -Seite 5, Zeile 4 Seite 5, Zeile 16 -Seite 7, Zeile 2 Ansprüche 1,11; Abbildungen ---	1,8,9,13
Y	US 5 694 221 A (KNAPP JULIUS Z) 2. Dezember 1997 (1997-12-02) Spalte 9, Zeile 34 - Zeile 52 Abbildung 4 ---	1,8,9,13
A	US 6 281 501 B1 (WRENN STUART W ET AL) 28. August 2001 (2001-08-28) Spalte 2, Zeile 39 -Spalte 3, Zeile 16 Abbildungen 1,2 ---	1,9,13 -/-



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

- * Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :
- *A* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- *E* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldeatum veröffentlicht worden ist
- *L* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
- *O* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
- *P* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldeatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsatum veröffentlicht worden ist
- *T* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldeatum oder dem Prioritätsatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
- *X* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden
- *Y* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
- *8* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

10. September 2003

Absendatum des Internationalen Recherchenberichts

17/09/2003

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel: (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Krametz, E

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHTInternat... des Aktenzeichen
PCT/EP 03/04148

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	US 4 692 620 A (ROSENTHAL ROBERT D) 8. September 1987 (1987-09-08) Spalte 3, Zeile 16 – Zeile 43 Spalte 4, Zeile 38 – Zeile 57 Abbildung 1 -----	1,9,13

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 03/04148

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
WO 0025110	A	04-05-2000	AU WO	1227400 A 0025110 A1	15-05-2000 04-05-2000	
US 5694221	A	02-12-1997	WO	9746872 A1		11-12-1997
US 6281501	B1	28-08-2001	US	2001000910 A1		10-05-2001
US 4692620	A	08-09-1987		KEINE		

VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

PCT

INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT (Artikel 36 und Regel 70 PCT)

REC'D 19 MAY 2004

WIPO PCT

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts 15708/PCT ge	WEITERES VORGEHEN	siehe Mitteilung über die Übersendung des internationalen vorläufigen Prüfungsberichts (Formblatt PCT/PEA/416)
Internationales Aktenzeichen PCT/EP 03/04148	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) 22.04.2003	Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr) 22.04.2002
Internationale Patentklassifikation (IPK) oder nationale Klassifikation und IPK G01N21/85		
Anmelder BRUINS, Hans Joachim		

1. Dieser internationale vorläufige Prüfungsbericht wurde von der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt.
2. Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 7 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.

Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; dabei handelt es sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).

Diese Anlagen umfassen insgesamt 2 Blätter.

3. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:

- I Grundlage des Bescheids
- II Priorität
- III Keine Erstellung eines Gutachtens über Neuheit, erfinderische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit
- IV Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung
- V Begründete Feststellung nach Regel 66.2 a)ii) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung
- VI Bestimmte angeführte Unterlagen
- VII Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung
- VIII Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

Datum der Einreichung des Antrags 24.11.2003	Datum der Fertigstellung dieses Berichts 18.05.2004
Name und Postanschrift der mit der internationalen Prüfung beauftragten Behörde Europäisches Patentamt D-80298 München Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Bevollmächtigter Bediensteter Rouault, P Tel. +49 89 2399-2776



INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

Internationales Aktenzeichen PCT/EP 03/04148

I. Grundlage des Berichts

1. Hinsichtlich der **Bestandteile** der internationalen Anmeldung (*Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigefügt, weil sie keine Änderungen enthalten (Regeln 70.16 und 70.17)*):

Beschreibung, Seiten

1-16 in der ursprünglich eingereichten Fassung

Ansprüche, Nr.

1-13 eingegangen am 03.05.2004 mit Schreiben vom 03.05.2004

Zeichnungen, Blätter

1/2-2/2 in der ursprünglich eingereichten Fassung

2. Hinsichtlich der **Sprache**: Alle vorstehend genannten Bestandteile standen der Behörde in der Sprache, in der die internationale Anmeldung eingereicht worden ist, zur Verfügung oder wurden in dieser eingereicht, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.

Die Bestandteile standen der Behörde in der Sprache: zur Verfügung bzw. wurden in dieser Sprache eingereicht; dabei handelt es sich um:

- die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen Recherche eingereicht worden ist (nach Regel 23.1(b)).
- die Veröffentlichungssprache der internationalen Anmeldung (nach Regel 48.3(b)).
- die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen vorläufigen Prüfung eingereicht worden ist (nach Regel 55.2 und/oder 55.3).

3. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten **Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz** ist die internationale vorläufige Prüfung auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das:

- in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.
- zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.
- bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.
- Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfassten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

4. Aufgrund der Änderungen sind folgende Unterlagen fortgefallen:

- Beschreibung, Seiten:
- Ansprüche, Nr.:
- Zeichnungen, Blatt:

INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

Internationales Aktenzeichen PCT/EP 03/04148

5. Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der Änderungen erstellt worden, da diese aus den angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgehen (Regel 70.2(c)).
(Auf Ersatzblätter, die solche Änderungen enthalten, ist unter Punkt 1 hinzuweisen; sie sind diesem Bericht beizufügen.)

6. Etwaige zusätzliche Bemerkungen:

IV. Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung

1. Auf die Aufforderung zur Einschränkung der Ansprüche oder zur Zahlung zusätzlicher Gebühren hat der Anmelder:

- die Ansprüche eingeschränkt.
- zusätzliche Gebühren entrichtet.
- zusätzliche Gebühren unter Widerspruch entrichtet.
- weder die Ansprüche eingeschränkt noch zusätzliche Gebühren entrichtet.

2. Die Behörde hat festgestellt, daß das Erfordernis der Einheitlichkeit der Erfindung nicht erfüllt ist, und hat gemäß Regel 68.1 beschlossen, den Anmelder nicht zur Einschränkung der Ansprüche oder zur Zahlung zusätzlicher Gebühren aufzufordern.

3. Die Behörde ist der Auffassung, daß das Erfordernis der Einheitlichkeit der Erfindung nach den Regeln 13.1, 13.2 und 13.3

- erfüllt ist.
- aus folgenden Gründen nicht erfüllt ist:
siehe Beiblatt

4. Daher wurde zur Erstellung dieses Berichts eine internationale vorläufige Prüfung für folgende Teile der internationalen Anmeldung durchgeführt:

- alle Teile.
- die Teile, die sich auf die Ansprüche Nr. beziehen.

V. Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung

1. Feststellung

Neuheit (N)	Ja: Ansprüche 1-13
	Nein: Ansprüche
Erfinderische Tätigkeit (IS)	Ja: Ansprüche 1-13
	Nein: Ansprüche
Gewerbliche Anwendbarkeit (IA)	Ja: Ansprüche: 1-13
	Nein: Ansprüche:

2. Unterlagen und Erklärungen:

**INTERNATIONALER VORLÄUFIGER
PRÜFUNGSBERICHT**

Internationales Aktenzeichen **PCT/EP 03/04148**

siehe Beiblatt

Es wird in diesem Bescheid auf die folgenden Dokumente verwiesen:

D1=US-A-5694221

D2=WO-A-0025110

D3=US-A-4692620

Zu Punkt IV

Mangelnde Einheitlichkeit der Anmeldung

Diese Behörde hat festgestellt, daß die internationale Anmeldung mehrere Erfindungen oder Gruppen von Erfindungen enthält, die nicht durch eine einzige allgemeine erfinderische Idee verbunden sind (Regel 13.1 PCT), nämlich:

- I: Ansprüche 1-10
- II: Ansprüche 11, 12.

Die Gründe dafür sind die folgenden.

Das Dokument D1 stellt den nächstliegenden Stand der Technik für die Erfindung im Anspruch 1 dar, da es alle Merkmale des Oberbegriffs dieses Anspruchs offenbart (siehe D1, die Zusammenfassung, Spalte 9, Zeilen 34-52, sowie Fig. 4). Somit kann nur das Merkmal im kennzeichnenden Teil dieses Anspruchs als ein besonderes technisches Merkmal nach Regel 13.2 PCT betrachtet werden.

Betreffend die Erfindung im unabhängigen Anspruch 11, wird diesmal das Dokument D2 (siehe Seite 5, Zeile 12 - Seite 6, Zeile 2) als nächstliegenden Stand der Technik angesehen, da es alle Merkmale dieses Anspruchs offenbart, bis auf die Verdrehung um eine Drehachse, die von einer vertikalen Bezugsrichtung abweicht. Dieses Merkmal stellt somit für diese Erfindung ein besonderes technisches Merkmal nach Regel 13.2 PCT dar.

Es ist eindeutig, dass das besondere technische Merkmal der ersten Erfindung und das besondere technische Merkmal der zweiten Erfindung völlig unterschiedlich sind.

Ferner ist es auch klar, dass diese beiden Merkmale unterschiedliche Aufgaben lösen.

Somit liegt weder hinsichtlich der besonderen technischen Merkmale noch hinsichtlich der gelösten Probleme zwischen den genannten Gruppen von Ansprüchen Einheitlichkeit der Erfindung nach Regeln 13.1 und 13.2 PCT vor.

Zu Punkt V

Begründete Feststellung hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung

1. Erste Erfindung (Ansprüche 1-10)

Wie oben im Punkt IV erwähnt, unterscheidet sich der Gegenstand des unabhängigen Anspruchs 1 von der aus D1 bekannten Vorrichtung dadurch, dass die Messküvette zwei Schalen umfasst, die im zusammengesetzten Zustand einen Behälter für die Probe bilden.

Der Gegenstand dieses Anspruchs ist daher neu gegenüber diesem Dokument sowie gegenüber den übrigen Dokumenten des Recherchenberichts.

Dieser Gegenstand wird auch nicht durch diesen verfügbaren Stand der Technik nahegelegt. Aus der Beschreibung von D1 ist keine Anregung zu entnehmen, die darin beschriebenen flaschenförmigen Behälter durch Messküvetten zu ersetzen, die aus zwei Teilen zusammengesetzt sind. Das Dokument D2 zeigt nur einen einteiligen Behälter. Das Dokument D3, hingegen, offenbart einen mehrteiligen Behälter. Eine Kombination dieses Dokuments mit D1 wäre jedoch für den Fachmann nicht naheliegend gewesen, da es keine Verdrehung des Behälters um eine Drehachse zeigt und da die Proben sehr unterschiedlich sind (Flüssigkeit in D1, Körner in D3).

2. Zweite Erfindung (Ansprüche 11, 12)

Der Gegenstand des unabhängigen Anspruchs 11 unterscheidet sich von dem aus D2 bekannten Verfahren dadurch (siehe Punkt IV oben), dass die Messküvette um eine Drehachse verdreht wird, die von einer vertikalen Bezugsrichtung abweicht.

Obwohl dieses Merkmal aus dem Dokument D1 bekannt ist, ist der Gegenstand dieses Anspruchs erfinderisch, weil der Fachmann nie die Lehren dieser beiden Dokumente

kombinieren würde, insbesondere weil in D1 eine Flüssigkeit untersucht wird, während in D2 die zu untersuchende Probe aus landwirtschaftlichen Produkten besteht. Die übrigen Dokumente des Recherchenberichts sind nicht relevant für diese Erfindung.

3. Schlußfolgerung

Aus den oben genannten Gründen erfüllt die Anmeldung die Erfordernisse der Artikel 33 (2) und (3) PCT. Betreffend den Anspruch 13, sein Gegenstand ist auch neu und erfinderisch, da dieser Anspruch zu beiden Erfindungen gehört.

PATENTANSPRÜCHE

1. Messanordnung, insbesondere für spektroskopische Messungen an einer partikelförmigen Probe, wobei die Messanordnung umfasst:

- eine Messküvette (10) zur Probenaufnahme, die mindestens ein Fenster (11) aufweist, durch das die Probe (3) bestrahlbar ist, und
- eine Drehhalterung (20), mit der die Messküvette (10) um eine vorbestimmte Drehachse (1) drehbar ist, wobei die Ausrichtung der Drehachse (1) von einer vertikalen Bezugsrichtung abweicht,

) dadurch gekennzeichnet, dass

die Messküvette (10) zwei Schalen (11, 12) umfasst, die im zusammengesetzten Zustand einen Behälter für die Probe bilden.

2. Messanordnung gemäß Anspruch 1, bei der die Drehachse (1) horizontal ausgerichtet ist.

3. Messanordnung gemäß Anspruch 1 oder 2, bei der die Messküvette (10) eine Kopplungseinrichtung aufweist, die mit einer Antriebseinrichtung der Drehhalterung (20) zusammenwirkt.

4. Messanordnung gemäß Anspruch 3, bei der die Kopplungseinrichtung eine Kopplungsfläche (18) oder eine Nut für einen Riemenantrieb umfasst.

5. Messanordnung gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, bei der die zwei Schalen (12, 13) durch einen Ringrahmen (14) zusammengehalten werden.

6. Messanordnung gemäß Anspruch 5, bei der die beiden Schalen (12, 13) verschiedene Volumen besitzen.

7. Messanordnung gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, bei der die Messküvette (10) mechanische Mischelemente (19) enthält.
8. Messanordnung gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, bei der die Messküvette (10) eine Öffnung zur Probenbeschickung und -entnahme aufweist.
9. Messgerät, insbesondere für spektroskopische Messungen an partikelförmigen Proben, die eine Messanordnung gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche und ein Spektrometer (30) umfasst.
10. Messgerät gemäß Anspruch 9, das eine Stelleinheit (40) aufweist, mit der Messküvette (10) von einer Ladeposition in eine Kalibrier- oder Messposition verfahrbar ist.
11. Verfahren zu spektroskopischen Messung an einer partikelförmigen oder flüssigen Probe, die in einer Messküvette (10) angeordnet ist, die mit einer Drehhalterung (20) drehbar ist, wobei mindestens zwei spektroskopische Messungen durchgeführt werden und zwischen den Messungen jeweils die Messküvette (10) um eine Drehachse (1) verdreht wird, die von einer vertikalen Bezugsrichtung abweicht.
12. Verfahren gemäß Anspruch 11, bei der die Messküvette (10) zwischen jeweils zwei Messungen um eine horizontale Drehachse (1) gedreht wird.
13. Verwendung einer Messanordnung, eines Messgeräts oder eines Verfahrens gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche zur spektroskopischen Analyse von partikelförmigen, frei geschütteten oder suspendierten oder von flüssigen Proben, insbesondere von landwirtschaftlichen Produkten, wie z. B. Getreide, oder Suspensionen.



PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference 15708/PCT ge	FOR FURTHER ACTION See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/EP2003/004148	International filing date (day/month/year) 22 April 2003 (22.04.2003)	Priority date (day/month/year) 22 April 2002 (22.04.2002)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC G01N 21/85		
Applicant BRUINS, Hans, Joachim		

1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.
2. This REPORT consists of a total of 7 sheets, including this cover sheet.

This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).

These annexes consist of a total of 2 sheets.

3. This report contains indications relating to the following items:

- I Basis of the report
- II Priority
- III Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
- IV Lack of unity of invention
- V Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement
- VI Certain documents cited
- VII Certain defects in the international application
- VIII Certain observations on the international application

Date of submission of the demand 24 November 2003 (24.11.2003)	Date of completion of this report 18 May 2004 (18.05.2004)
Name and mailing address of the IPEA/EP	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/EP2003/004148

I. Basis of the report

1. With regard to the elements of the international application:*

the international application as originally filed

the description:

pages _____ 1-16 _____, as originally filed
 pages _____, filed with the demand
 pages _____, filed with the letter of _____

the claims:

pages _____, as originally filed
 pages _____, as amended (together with any statement under Article 19)
 pages _____, filed with the demand
 pages 1-13 _____, filed with the letter of 03 May 2004 (03.05.2004)

the drawings:

pages 1/2-2/2 _____, as originally filed
 pages _____, filed with the demand
 pages _____, filed with the letter of _____

the sequence listing part of the description:

pages _____, as originally filed
 pages _____, filed with the demand
 pages _____, filed with the letter of _____

2. With regard to the language, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the international application was filed, unless otherwise indicated under this item.

These elements were available or furnished to this Authority in the following language _____ which is:

the language of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 23.1(b)).
 the language of publication of the international application (under Rule 48.3(b)).
 the language of the translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rule 55.2 and/or 55.3).

3. With regard to any nucleotide and/or amino acid sequence disclosed in the international application, the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing:

contained in the international application in written form.
 filed together with the international application in computer readable form.
 furnished subsequently to this Authority in written form.
 furnished subsequently to this Authority in computer readable form.
 The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished.
 The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished.

4. The amendments have resulted in the cancellation of:

the description, pages _____
 the claims, Nos. _____
 the drawings, sheets/fig _____

5. This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).**

* Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendments (Rule 70.16 and 70.17).

** Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.
PCT/EP2003/004148

IV. Lack of unity of invention

1. In response to the invitation to restrict or pay additional fees the applicant has:

- restricted the claims.
- paid additional fees.
- paid additional fees under protest.
- neither restricted nor paid additional fees.

2. This Authority found that the requirement of unity of invention is not complied with and chose, according to Rule 68.1, not to invite the applicant to restrict or pay additional fees.

3. This Authority considers that the requirement of unity of invention in accordance with Rules 13.1, 13.2 and 13.3 is

- complied with.
- not complied with for the following reasons:

See supplemental sheet

4. Consequently, the following parts of the international application were the subject of international preliminary examination in establishing this report:

- all parts.
- the parts relating to claims Nos. _____

Supplemental Box

(To be used when the space in any of the preceding boxes is not sufficient)

Continuation of: IV.3

This report refers to the following documents:

D1: US-A-5694221

D2: WO-A-0025110

D3: US-A-4692620

This Authority has determined that the international application contains several inventions or groups of inventions which are not linked by a single general inventive concept (PCT Rule 13.1), namely:

I: Claims 1-10

II: Claims 11, 12

The reasons for this are as follows.

Document D1 is the prior art closest to the invention in claim 1 since it discloses all the features of the preamble of said claim (see D1, abstract, column 9, lines 34-52, and figure 4). Consequently, the feature contained in the characterising portion of this claim is the only one which can be considered a special technical feature according to PCT Rule 13.2.

With respect to the invention in independent claim 11, document D2 (see page 5, line 12 - page 6, line 2) is considered the closest prior art, since it discloses all the features of said claim, except for the rotation about an axis of rotation which deviates from a vertical reference direction. This feature is therefore, for this invention, a special technical feature according to PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.
PCT/EP 03/04148

Supplemental Box
(To be used when the space in any of the preceding boxes is not sufficient)

Continuation of: IV.3

Rule 13.2.

It is clear that the special technical feature of the first invention and the special technical feature of the second invention are completely different. Furthermore, it is also clear that these two features solve different problems.

Consequently, there is a lack of unity of invention (PCT Rule 13.1 and 13.2) between the groups of claims in question with respect both to the special technical features and the problems solved.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.
PCT/EP 03/04148

V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

1. Statement

Novelty (N)	Claims	1-13	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims	1-13	YES
	Claims		NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-13	YES
	Claims		NO

2. Citations and explanations

1. First invention (claims 1-10)

As mentioned above in Box IV, the subject matter of independent claim 1 differs from the device known from D1 in that the measuring cell comprises two shells which, when placed together, form a container for the sample.

The subject matter of said claim is therefore novel over said document and over the other documents in the search report.

This subject matter is not obvious either from the available prior art. The description of D1 gives no prompting as to replacing the bottle-shaped container described therein by measuring cells consisting of two parts. Document D2 shows only a one-part container. Document D3, in contrast, discloses a multi-part container. A combination of this document with D1 would not, however, be obvious to a person skilled in the art since it does not show any rotation of the container about an axis of rotation and since the samples are very different (liquid in D1, granules in D3).

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No. PCT/EP 03/04148
--

2. Second invention (claims 11, 12)

The subject matter of independent claim 11 differs from the method known from D2 in that (see Box IV above) the measuring cell is rotated about an axis of rotation which deviates from a vertical reference direction.

Although this feature is known from document D1, the subject matter of this claim is inventive because a person skilled in the art would never combine the teachings of these two documents, in particular because in D1 a liquid is examined, whilst in D2 the sample for examination consists of agricultural products. The remaining search report citations are not relevant to this invention.

3. Conclusion

For the reasons given above, the application meets the requirements of PCT Article 33(2) and (3). The subject matter of claim 13 is also novel and inventive, since this claim belongs to both inventions.